

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-295657
(43)Date of publication of application : 09.11.1993

(51)Int.Cl. D06M 10/08
D06M 13/342

(21)Application number : 04-092684 (71)Applicant : TORAY IND INC
(22)Date of filing : 13.04.1992 (72)Inventor : SEKI MASAO
HASHIMOTO TAKASHI

(54) PRODUCTION OF FIBER STRUCTURE

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide hygroscopicity, dry touch handle and excellent adhesion to a fiber structure by applying an amino acid to the fiber structure and then subjecting the fiber structure to low-temperature plasma treatment.

CONSTITUTION: An amino acid such as alanine, glycine, glutamic acid or aminoacetic acid is impregnated into a fiber structure such as woven and knitted fabric, tow, string or rope, each made of a synthetic fiber such as polyester, nylon or polyacryl, a semi-synthetic fiber or a regenerated fiber such as acetate or rayon, a natural fiber such as wool, cotton or silk or their blend. Then the treated fiber structure is subjected to low temperature plasma treatment using non-polymerizable gas such as argon or helium between a discharge electrode made of glass-coated metal and an earth electrode made of a metal under conditions capable of satisfying the formula $W_1=18.5T_1+3.5$ and the formula $W_2=9T_2+3.5$ [W_1 and W_2 : electric power (W/cm^2) per unit area of the discharge electrode; T_1 and T_2 : vacuum degree (Torr)].

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 30.09.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3077370

[Date of registration] 16.06.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-295657

(43)公開日 平成5年(1993)11月9日

(51)Int.Cl.⁵

D 0 6 M 10/08
13/342

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

7199-3B

D 0 6 M 10/00

13/40

G

審査請求 未請求 請求項の数4(全4頁)

(21)出願番号

特願平4-92684

(22)出願日

平成4年(1992)4月13日

(71)出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72)発明者 関 昌夫

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株
式会社滋賀事業場内

(72)発明者 橋本 貴史

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株
式会社滋賀事業場内

(54)【発明の名称】 繊維構造物の製造方法

(57)【要約】

【目的】本発明は、吸湿性、とドライな表面タッチ風合
いを持ち、しかも粗硬化や経時変化がなく再現性に優れ
た接着性を有する繊維構造物を製造する方法を提供せん
とするものである。

【構成】本発明の繊維構造物の製造方法は、繊維構造物
にアミノ酸を付与した後、低温プラズマ処理することを
特徴とするものである。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 繊維構造物にアミノ酸を付与した後、低温プラズマ処理することを特徴とする繊維構造物の製造方法。

【請求項2】 低温プラズマ処理が、非重合性ガスプラズマであり、次に示す(1)と(2)式で囲まれた範囲の放電電力と真空中度の組み合わせで処理する請求項1記載の繊維構造物の製造方法。

$$W_1 = 18.5 T_1 + 3.5 \dots \dots (1)$$

$$W_2 = 9 T_2 + 3.5 \dots \dots (2)$$

ここで W_1 、 W_2 は、放電電極の単位面積当たりの電力 (W/cm^2)、

T_1 、 T_2 は、真空中度 (Torr) をあらわす。

【請求項3】 低温プラズマ処理が、放電電力が $4 \sim 21 W/cm^2$ 、真空中度が $0.01 \sim 0.5$ Torr である請求項1記載の繊維構造物の製造方法。

【請求項4】 低温プラズマ処理が、放電電極が金属をガラスで被覆したものであり、アース電極が金属製である請求項1記載の繊維構造物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、吸湿性、ドライタッチな風合い、接着性に優れた繊維構造物の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、合成繊維、特にポリエチルの衣料用分野で天然繊維の高吸湿性にかかる着用時の快適感を狙って吸湿性能を付与する試みが数多く提案されている。たとえば、アクリル酸、メタクリル酸などを繊維にグラフトしたり、第三成分を共重合またはブレンドしたポリマーを使用したりすることが知られている。

【0003】 しかしながら、前者の方法は、性能がばらつき易く処理の再現性に乏しい上に、繊維の強力の大幅な低下や染色堅牢度の低下をきたすという欠点を有するものであった。後者の方法は、製糸性の低下や物性および堅牢度が低下する欠点を有していた。

【0004】 また、繊維表面の接着性を高める方法として、低温プラズマが広く検討されている。かかる方法には、非重合性ガスプラズマで繊維表面に水酸基、アミノ基、カルボキシル基などを形成する、いわゆる化学修飾しプラズマ重合により繊維表面に重合物を堆積させたり、プラズマ処理で繊維表面にラジカルを作り、ビニルモノマーを接触させてグラフト重合する方法がある。

【0005】 前者の方法は、繊維表面の親水基が繊維ポリマーの内部に潜り込むことにより、経時的に表面機能が変化するという重大な欠点を有する。一方、重合による後者の方法は、重合の再現性に乏しく、処理装置が汚染するなどの欠点があった。また、旧来から接着剤を塗布する方法が行なわれているが、この方法は接着膜による風合いの硬化という問題があった。

2

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、吸湿性とドライな表面タッチ風合いを持ち、しかも粗硬化や経時変化がなく再現性に優れた接着性を有する繊維構造物を製造する方法を提供せんとするものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明は、かかる目的を達成するため、次のような構成を有する。すなわち、本発明の繊維構造物の製造方法は、繊維構造物にアミノ酸を付与した後、低温プラズマ処理することを特徴とするものである。

【0008】

【作用】 本発明は、繊維構造物、特にポリエチル系繊維構造物にアミノ酸を付与した後、特定の条件でプラズマ処理すればアミノ酸が架橋重合し、繊維表面に強固に固着し、それによって、吸湿性や風合い、さらには接着性まで改善することを究明したものである。

【0009】 以下、本発明を詳細に説明する。

【0010】 本発明でいう繊維構造物は、ポリエチル、ナイロン、アクリル、アセテート、レーヨンなど合成繊維および半合成繊維、羊毛、木綿、絹などの天然繊維など、およびこれらの混用繊維が使用され、また、これらの繊維は長繊維、短繊維のいずれをも使用することができ、編物、不織布、トウ、ひも、ロープなどの構造のものを使用することができる。

【0011】 本発明のアミノ酸とは、分子中に酸性基と塩基性基を持つもので、例えば、アラニン、グリシン、Lグルタミン酸、εアミノ酸など、たとえば改訂2版化學便覧基礎編I（日本化学会編集 丸善株式会社発行）第326～329頁に例示されたものなどを使用することができる。

【0012】 かかるアミノ酸を繊維構造物に付与する方法は、アミノ酸の水溶液を用い、バディング法、浸漬法、スプレー法などにより処理し、乾燥する方法が使用することができる。

【0013】 本発明は、かかるアミノ酸を付与した後、特定の条件範囲で低温プラズマ処理することにより、目的とする前記効果が達成される。

【0014】 本発明の低温プラズマとは、特定のガスを封入した減圧容器内で、電極間に高電圧を印加することにより発生するものであり、かかる放電は、火花放電、コロナ放電、グロー放電など種々の形態のものがあるが、放電が均一で活性化作用に優れたグロー放電が特に好ましい。

【0015】 本発明の高電圧を印加する電源は、交流、直流のどちらでも使用することができる。交流の中では特に周波数が $10 \sim 10000$ KHz が放電の持続性、均一性から好ましい。

【0016】 本発明の低温プラズマ処理における非重合性ガスとしては、たとえば、アルゴン、ヘリウム、窒

素、酸素、空気、水素、水、一酸化炭素、二酸化炭素、アンモニア、四フッ化メタンなど、およびこれらの混合物を用いることができる。

【0017】本発明の低温プラズマ処理は、放電電力と真空度の組み合わせの特定の範囲でおこなうのが好ましい。

【0018】すなわち、放電電力と真空度の関係式が、
 $W_1 = 18.5 T_1 + 3.5$ と、

$$W_2 = 9 T_2 + 3.5$$

[ここで W_1 、 W_2 は、放電電極の単位面積当たりの電力 (W/cm^2)、 T_1 、 T_2 は、真空度 (Torr) である。] の 2 式で囲まれた電力と真空度を組み合わせて処理する。この範囲を外れる条件は本発明の効果を達成しにくい。本発明の放電電力は、好ましくは $4 \sim 21 W/cm^2$ であり、 $4 W/cm^2$ より小さいと処理に長時間をするし、 $21 W/cm^2$ を越えると放電が不安定になり、処理ムラを発生があるので好ましくない。

【0019】本発明の低温プラズマ処理の真空度としては、 $0.01 \sim 0.5$ Torr がよく、 0.01 Torr より低いと活性種の平均自由行程距離が小さく被処理物への到達する確率が高くなるが、生成する活性種の絶対量が少なくなり、それだけ処理時間が長くなるきらいがあり、 0.5 Torr を越えると、活性種が電離していないガス分子に遮られるためか処理時間が長かったり、必要以上の放電電力を必要とするなど好ましくない。本発明は、非重合性ガスの存在下で、かかる真空度と放電電力を組み合わせて発生させたプラズマ雰囲気下で処理することにより本発明の目的を達成することができる。

【0020】本発明の処理をおこなう装置としては、放電電極として、銅、鉄、ステンレス、アルミニウムなどの金属製チューブをガラスで被覆したものを用い、アース電極としては、ステンレス、アルミニウムなどの金属からなる板、ドラムを使用することがよい。かかる電極の組み合わせにより、均一な放電が形成でき、本発明の効果を効率よく達成することができる。本発明の電極は、必要に応じて水などを循環させて冷却する。

【0021】本発明のプラズマ処理により、アミノ酸が重合し水に不溶性の高分子を形成し、しかも繊維表面に強固に接着するので、吸湿、風合い、接着のいずれの機

能も改善することができる。

【0022】

【実施例】以下、実施例により詳しく説明するが、本発明は、これらに限定されるものではない。

【0023】実施例 1～11、比較例 1～4

経糸に 75 デニール 36 フィラメント、緯糸に 100 デニール 48 フィラメントのポリエステル糸（東レ株式会社製）を使用した平織物を常法により精練、ヒートセットした。該織物を次に示す条件で処理し性能を評価した結果を表 1 に示す。

【0024】（アミノ酸加工）

A : アミノ酢酸 150 g/l 水溶液に浸漬した後、ウエットピックアップが 90 % になるようにマングルで絞り 100 ℃ で乾燥した。

B : DL-α-アラニンを A と同様に処理した。

C : ε アミノカプロン酸を A と同様に処理した。

（プラズマ処理）

処理装置：内部電極型 放電電極は外径 8 mm のアルミ管を外径 12 mm のガラス管で被覆したもの

20 アース電極は外径 300 mm のステンレス製ドラム

放電周波数：500 kHz

放電電力：2～30 kW/cm²

ガス及び流量：アルゴン 100 cc/min

真空度：0.05～1.0 Torr

ドラム回転速度：10 cm/min

なを、表中の重合効率は、アミノ酸のバディング・乾燥後の付着重量を 100 とし、プラズマ処理後 90 ℃ の水で 20 分間洗浄し乾燥した後の不溶成分の重量の割合を求めた。また、吸湿率は、試料を 100 ℃ で 4 時間乾燥した後の重量を 100 とし、20 ℃、65 % RH の条件下 48 時間処理した後の重量から、増加重量分の割合を求めた。

【0025】比較例 1、2、3 はアミノ酸を付着させた後、プラズマ処理をしないで 90 ℃ の水で 20 分間洗浄したもので、比較例 4 はアミノ酸処理、プラズマ処理とも行わない原布である。

【0026】

【表 1】

表1

	アミノ酸	放電電力 W/cm ²	真空度 Torr	重合率 %	吸湿性 (%) 65%RH
実施例1	A	10	0.5	87	1.7
" 2	B	10	"	78	1.1
" 3	C	2	"	18	0.52
" 4	"	4	"	57	1.0
" 5	"	10	"	85	1.4
" 6	"	20	"	90	1.4
" 7	"	30	"	96	1.5
" 8	"	20	0.05	96	1.5
" 9	"	20	0.2	88	1.3
" 10	"	20	0.8	34	0.8
" 11	"	20	1.0	25	0.75
比較例1	A	-	-	0	0.36
2	B	-	-	0	0.38
3	C	-	-	0	0.36
4	-	-	-	-	0.38

表1から、実施例1～11のものは、アミノ酸が重合して水不溶化し、原布に対し3～4倍の吸湿性を持ち、また、織物の風合いは、サラサラしたタッチの優れたものであった。なお、実施例7は部分的に黄化しており均一処理の点から、やや劣るものであった。

【0027】実施例12、比較例5～6

経糸及び緯糸に70デニール24フィラメントのナイロン6（東レ株式会社製）を使用した平織物を常法により精練、ヒートセットした。

【0028】実施例12：εアミノカプロン酸200g/l水溶液に浸漬し、ウェットピックアップが70%になるようにマングルで絞り、110℃で乾燥した。次いで、実施例1と同様のプラズマ処理機で次ぎの条件でプラズマ処理し、コーティング加工した。

【0029】（プラズマ処理）
ガス、流量：空気 100cc/min

真空度：0.4Torr

放電電力：16W/cm²

処理速度：10cm/min

（コーティング）ポリエステル系ポリウレタン樹脂（クリスピオン8006-HV 三洋化成株式会社製）のジメチルホルムアミド溶液をナイフコーティングで塗布量25μ

2コーティングし、温式法で凝固しコーティング加工した。該コーティング布帛の膜剥離強力はプラズマ処理してから12時間後にコーティングしたものは、840g/cm²であり、プラズマ処理してから120時間後にコーティングしたものは、850g/cm²とプラズマ処理後の経時変化のないものであった。

【0030】比較例5は、アミノ酸処理をしない以外は実施例12と同様に処理した。プラズマ処理してから12時間後および120時間後にコーティングしたものの膜剥離強力は、それぞれ720g/cm²、610g/cm²であり、プラズマ処理後の経時変化が認められた。

【0031】比較例6は、アミノ酸処理、プラズマ処理をせずに実施例12と同様にコーティング加工したもの膜剥離強力は、510g/cm²であった。

【0032】以上から、実施例12のものは、比較例5のものに比して、経時変化のない優れた接着性を有する

ことがわかる。

【0033】

【発明の効果】本発明によれば、経時変化のない高接着性と吸湿性およびドライタッチな風合いを有する織維構造物を提供し得る。